

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

58498-05-01  
#ugh  
1-237  
Jc715 U.S. PTO  
10/006135  
12/10/01

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年12月12日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-377485

出 願 人

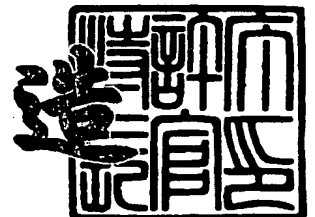
Applicant(s):

株式会社デンソー

2001年11月26日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3102362

【書類名】 特許願

【整理番号】 PN058498

【提出日】 平成12年12月12日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C30B 29/36

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 株式会社デンソー内

【氏名】 内藤 正美

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 株式会社デンソー内

【氏名】 原 一都

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 株式会社デンソー内

【氏名】 廣瀬 富佐雄

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 株式会社デンソー内

【氏名】 恩田 正一

【特許出願人】

【識別番号】 000004260

【氏名又は名称】 株式会社デンソー

【代理人】

【識別番号】 100096998

【弁理士】

【氏名又は名称】 碓氷 裕彦

【電話番号】 0566-25-5988

【選任した代理人】

【識別番号】 100106149

【弁理士】

【氏名又は名称】 矢作 和行

【電話番号】 0566-25-5989

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010331

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9912770

【包括委任状番号】 9912772

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 炭化珪素単結晶の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 マイクロパイプを有する炭化珪素基板の厚さ方向に、前記基板の表面の温度をその反対の裏面の温度に対して低くなるように温度差を作り、前記表面に少なくとも炭素を含むガスと珪素を含むガスを供給し、前記炭化珪素基板の表面に炭化珪素膜をエピタキシャル成長させることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 2】 前記基板の温度は、 $1650^{\circ}\text{C}$ 以上とすることを特徴とする請求項 1 記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 3】 前記基板の温度は、 $1750^{\circ}\text{C}\sim 1900^{\circ}\text{C}$ までの範囲とすることを特徴とする請求 2 記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 4】 前記温度差は、水素またはヘリウムを含んだガスを前記基板表面に供給することにより、生じさせることを特徴とする請求項 2 または 3 記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 5】 炭素を含むガスと珪素を含むガスの前記基板直前でのガス流速を  $1\text{ m/s}$  以上とすることを特徴とする請求項 2 ないし 4 記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 6】 前記温度差は、 $5^{\circ}\text{C}$ 以上とすることを特徴とする請求項 1 乃至 5 のいずれかに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 7】 前記炭化珪素膜には、成長速度が  $20\text{ }\mu\text{m/h}$  以上でエピタキシャル成長を行った膜を含むことを特徴とする請求項 1 乃至 6 のいずれかに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 8】 前記基板の厚さを  $300\text{ }\mu\text{m}$  以上とすることを特徴とする請求項 1 乃至 7 のいずれかに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 9】 マイクロパイプを有する炭化珪素基板上に炭化珪素膜のエピタキシャル成長を行う方法において、

前記基板を保持手段により保持し、炭素を含むガスと珪素を含むガスの流れ方向を、前記マイクロパイプの開口部を有する前記基板の表面に対して、ほぼ垂直

とし、前記炭化珪素基板の表面に前記炭化珪素膜をエピタキシャル成長させることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 1 0】 前記基板の表面温度は、1 6 5 0℃以上とすることを特徴とする請求項 9 記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 1 1】 前記基板の表面温度は、1 7 5 0℃～1 9 0 0℃までの範囲とすることを特徴とする請求 1 0 記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 1 2】 前記マイクロパイプは基板表面から基板裏面まで貫通しており、前記基板の裏面と接触する接触部材と密着するように保持されていることを特徴とする請求項 9 乃至 1 1 のいずれかに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 1 3】 前記マイクロパイプは基板表面から基板裏面まで貫通しており、前記裏面に接する雰囲気圧力は、前記表面に接する雰囲気圧力に対し、高くなるように前記基板が保持されていることを特徴とする請求項 9 乃至 1 1 のいずれかに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 1 4】 前記炭化珪素膜をエピタキシャル成長させる圧力が減圧であることを特徴とする請求項 9 乃至 1 3 のいずれかに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 1 5】 マイクロパイプを有する炭化珪素基板の表面にある前記マイクロパイプの開口部を広くする開口部改良工程と、

前記基板の表面上に少なくとも炭素を含むガスと珪素を含むガスを供給し、炭化珪素膜をエピタキシャル成長させる成膜工程と

を備えることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 1 6】 前記開口部改良工程は、前記炭化珪素基板の表面に水素を含むキャリアガスを流しながら、前記基板を 1 6 5 0℃以上に加熱させるものである請求項 1 5 記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 1 7】 前記開口部改良工程は、前記炭化珪素基板の表面に塩素を含むガスを供給させるものである請求項 1 5 記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 1 8】 前記開口部改良工程は、前記炭化珪素基板を K O H を用いてエッチングさせるものである請求項 1 5 記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 1 9】 前記マイクロパイプの開口部は、前記開口部改良工程の前

後において、その径が2倍以上となるように広げることを特徴とする請求項15乃至18記載のいずれかに炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項20】 開口部が表面に向かって広がっているマイクロパイプを有する炭化珪素基板と、

前記基板表面上に形成された炭化珪素エピタキシャル膜とから構成され、前記マイクロパイプは前記基板にて終端していることを特徴とする炭化珪素基板。

【請求項21】 前記基板の開口部において、開口部の表面で広がった径が開口部底部における径に対して、2倍以上であることを特徴とする請求項20記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項22】 マイクロパイプを有する導電性炭化珪素基板と、

前記基板表面上に形成された炭化珪素エピタキシャル膜とから構成された炭化珪素基板において、

前記マイクロパイプ上において、炭化珪素エピタキシャル膜は前記マイクロパイプを覆っており、前記マイクロパイプの終点が前記導電性炭化珪素基板と前記エピタキシャル膜との間に配置された導電性領域中であることを特徴とする炭化珪素基板。

【請求項23】 前記導電性領域は、前記導電性基板であることを特徴とする請求項22記載の炭化珪素基板。

【請求項24】 前記導電性領域は、前記導電性エピタキシャル膜であることを特徴とする請求項22記載の炭化珪素基板。

【請求項25】 前記導電性領域は、低抵抗エピタキシャル膜であり、前記低抵抗エピタキシャル膜上に高抵抗エピタキシャル膜が形成されていることを特徴とする請求項22記載の炭化珪素基板。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、炭化珪素（SiC）基板の製造方法に関し、特に、結晶欠陥であるマイクロパイプの継承を抑制する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来、SiC単結晶は、一般的には昇華法によって製造されるが、マイクロパイプ欠陥（中空貫通欠陥）と呼ばれる直径サブ $\mu\text{m}$ 乃至数 $\mu\text{m}$ の中空貫通孔が結晶中に100から1000個/ $\text{cm}^2$ 程度ある。

【0003】

パワーデバイスや高周波デバイスを作製する場合、この単結晶を基板として、デバイスを形成する領域であるエピタキシャル膜をデバイスに適した構造になるように成長させるが、この欠陥が基板中に存在すると、その上に成長させたエピタキシャル膜にもその欠陥が継承され、エピタキシャル膜にもマイクロパイプ欠陥が同数形成される。そして、この欠陥があるエピタキシャル膜にデバイスを作製すると、デバイスの漏れ電流を増加させ、逆方向耐圧を低下させることが報告されている。このため、デバイスを作製するにはこの欠陥を低減させることが極めて重要である。

【0004】

デバイスを作製する領域であるエピタキシャル膜のマイクロパイプ欠陥を低減させる方法として、これまで、基板となるSiC単結晶のマイクロパイプ欠陥をなくすことが提案されていた。これには、米国特許第5679153号や特開平10-324600号公報や特開2000-44398号公報、さらには、第47回応用物理学関係連合講演会 講演予稿集 第1分冊P. 407講演No. 29P-YF-6「厚膜4H-SiCエピタキシャル成長におけるの転位の挙動」（（財）電力中央研究所 鎌田ら；2000年3月発行）に示される方法が提案されている。

【0005】

米国特許第5679153号に示される方法は、シリコン中のSiC溶融を用いた液相エピタキシー技術によって結晶成長させると、エピタキシャル成長途中でマイクロパイプ欠陥が閉塞させていくことを利用して、マイクロパイプを有する種結晶上にマイクロパイプ欠陥を低減させたエピタキシャル膜を成長させている。

【0006】

次に、特開平 1 0 - 3 2 4 6 0 0 号公報に示される方法は、 $\alpha$ （六方晶）- S i C 単結晶基板（種結晶）の表面に熱化学的蒸着（CVD）法により  $\beta$ （立方晶）- S i C もしくは  $\alpha$ -S i C の多結晶膜の成膜と、それによって得られた複合体に対する熱処理とを複数繰り返すことにより、複数層の  $\beta$ -S i C もしくは  $\alpha$ -S i C の多結晶膜を  $\alpha$ -S i C 単結晶基板（種結晶）の結晶軸と同一方向に配向（ある種の固相エピタキシャル成長）させることによって、種結晶上にマイクロパイプ欠陥の少ない S i C 単結晶を成長させている。

## 【0007】

また、特開 2 0 0 0 - 4 4 3 9 8 号公報に示される方法は、マイクロパイプを有する単結晶基板の表面に被覆材料を被覆した後、熱処理を行ない、S i C 単結晶に存在するマイクロパイプ欠陥を S i C 単結晶の内部で閉塞させ、マイクロパイプ欠陥の少なくとも一部が塞がれた結晶を形成する。

## 【0008】

そして、上述の第 4 7 回応用物理学関係連合講演会 講演予稿集によると、基板上的エピタキシャル膜を  $16\mu\text{m}/\text{h}$  にて  $65\mu\text{m}$  で厚く形成した結果、マイクロパイプが閉塞したことが報告されている。

## 【0009】

## 【発明が解決しようとする課題】

上記第 1 の方法では、マイクロパイプ欠陥がない部分を得るためには、液相エピタキシー法により  $20\sim 75\mu\text{m}$  以上の厚いエピタキシャル膜を成長させなければならない。さらに、その上にデバイスを作製するエピタキシャル膜を CVD 法により成長させなければならず、工程が多いという問題がある。

## 【0010】

上記第 2 の方法では、単結晶基板上に多結晶膜を形成するため、結晶粒界を内在した S i C 複合体が得られる。この複合体を熱処理し、種結晶上に固相エピタキシャル成長させると、多結晶中の結晶粒界における内部歪みを原因とした結晶欠陥が導入される危惧がある。こうした欠陥はキャリアのトラップ源となるため、電子デバイス用基板としては適さないという問題がある。また、実用基板の厚さにするため、成膜工程と熱処理工程と表面平滑工程を数回繰り返す必要がある



ため、工程が多く、製造コストが高くなるという問題がある。

【0011】

上記第3の方法では、被覆材料を被覆する工程と熱処理工程と被覆材料の除去も含む表面平滑工程が最低必要であり、工程が多いという問題がある。

【0012】

上記第4の方法では、エピタキシャル膜を厚く形成することでマイクロパイプが閉塞するものの、通常、デバイス制作のために基板上に形成するエピタキシャル膜は、せいぜい20～30 $\mu$ m程度であり、エピタキシャル膜が薄い状態でもマイクロパイプを閉塞したいという要望があり、また、成長レートが16 $\mu$ m/h程度と遅く、マイクロパイプを閉塞するのに4時間以上の長時間も成長させなければならず、デバイス用、あるいはバルク用としてエピタキシャル膜を形成する方法としては商業的に適したものではない。

【0013】

本発明は上記問題に鑑みてなされ、マイクロパイプを有する炭化珪素基板において、より実用的なマイクロパイプの閉塞技術を提供することを目的とする。

【0014】

【課題を解決するための手段】

上記課題を解決するための第1の発明は、マイクロパイプを有する炭化珪素基板にエピタキシャル膜を形成する際、エピタキシャル膜が形成される側の炭化珪素基板の表面と、この表面とは反対側の炭化珪素基板の裏面とに温度差を設け、表面側を低温としている。

【0015】

炭化珪素基板表面の温度を裏面の温度よりも低くすることで、温度が高い裏面近傍（マイクロパイプあるいは裏面）から発生するSiCの昇華ガスが、マイクロパイプを通して表面側に向かって流れ、温度が低い表面近くで再結晶化する。その際、マイクロパイプの内側に再結晶化するため、マイクロパイプの内径を小さくし、最終的には塞ぐことができる。

【0016】

尚、請求項2に記載のように、炭化珪素基板の温度を1650℃以上にするこ

とで、基板からの昇華が生じやすくなり、マイクロパイプの閉塞が促進する。

【 0 0 1 7 】

さらに、請求項 3 に記載のように、炭化珪素基板の温度を  $1750^{\circ}\text{C}$  以上とすることにより、基板からの昇華が促進し、マイクロパイプの閉塞が容易となる。ただし、基板の温度が  $1900^{\circ}\text{C}$  を超えると、今度は昇華が促進するため、マイクロパイプを閉塞するための再結晶化と昇華とのバランスが均等化し、マイクロパイプの閉塞が抑制されてしまう。よって、炭化珪素基板の温度は高くても  $1900^{\circ}\text{C}$  までとすることが好ましい。

【 0 0 1 8 】

また、請求項 4 に記載のように、水素やヘリウムガスは熱伝導が高く、ガスの当たる炭化珪素基板表面の温度を効果的に下げることができ、炭化珪素基板の表面と裏面との温度差を十分付けることができる。これにより、炭化珪素基板裏面近傍から昇華ガスを表面に移動させることを促進できる。

【 0 0 1 9 】

また、請求項 5 に記載のように、ガス流速を  $1\text{ m/s}$  以上とすることにより、ガスの当たる炭化珪素基板表面の温度を効果的に下げることができ、炭化珪素基板の表面と裏面との温度差を十分付けることができる。これにより、炭化珪素基板裏面近傍から昇華ガスを表面に移動させることを促進できる。

【 0 0 2 0 】

また、請求項 6 に記載のように、炭化珪素基板の表面と裏面との温度差を  $5^{\circ}\text{C}$  以上とすることにより、裏面側で昇華したガスが表面側に移動し、表面近傍で再結晶化することを促進できる。これにより、容易にマイクロパイプをふさぐことができる。

【 0 0 2 1 】

また、請求項 7 に記載のように、エピタキシャル膜の成長速度を  $20\text{ }\mu\text{m/h}$  以上とすることにより、マイクロパイプ上への炭化珪素膜の横方向の成長速度も増加させることができ、マイクロパイプを短時間でふさぐことができる。

【 0 0 2 2 】

また、請求項 8 に記載のように、炭化珪素基板の厚さを  $300\text{ }\mu\text{m}$  以上にする

ことにより、基板の厚さ方向に温度差をつけることができ、ガスが当たる基板表面の温度を効果的に下げることができ、基板の表面と裏面との温度差を十分つけることができる。これにより、裏面からの昇華ガスを表面に移動させることを促進できる。

## 【 0 0 2 3 】

また、請求項 9 に記載のように、炭素を含むガスと珪素を含むガスの流れ方向が、マイクロパイプの開口部を有する炭化珪素基板表面に対して、ほぼ垂直になるようにすることにより、裏面からマイクロパイプを通して昇華してきたガスを表面に出ることを防ぐため、その昇華ガスが開口部近傍で再結晶化を促進することができる。これにより、容易にマイクロパイプをふさぐことができる。

## 【 0 0 2 4 】

また、請求項 1 0 に記載のように、炭化珪素基板温度を 1 6 5 0 ℃ 以上にする  
ことにより、炭化珪素基板からの昇華が生じやすくなり、容易にマイクロパイプをふさぐことができる。

## 【 0 0 2 5 】

尚、請求項 1 1 に記載のように、望ましくは基板温度を 1 7 5 0 ～ 1 9 0 0 ℃ の範囲にすることにより、炭化珪素基板からの昇華が促進され、容易にマイクロパイプをふさぐことができる。1 9 0 0 ℃ 以下とするのは、それ以上になると再結晶化に対し昇華が促進されることとなり、1 9 0 0 ℃ 以上にするのは好ましくない。

## 【 0 0 2 6 】

さらに、請求項 1 2 に記載のように、マイクロパイプは基板表面から基板裏面まで貫通しており、前記基板の裏面と接触する接触部材と密着するように保持されることにより、裏面近傍のマイクロパイプからの昇華ガスが表面に移動しやすくなり、その昇華ガスが開口部近傍で再結晶化を促進することができる。これにより、容易にマイクロパイプをふさぐことができる。

## 【 0 0 2 7 】

また、請求項 1 3 に記載のように、炭化珪素基板裏面に接する雰囲気圧力を表面に接する雰囲気圧力に対し、高くなるように基板を保持することにより、

裏面近傍のマイクロパイプからの昇華ガスが表面に移動しやすくなり、その昇華ガスが開口部近傍で再結晶化を促進することができる。これにより、容易にマイクロパイプをふさぐことができる。

## 【0028】

また、請求項14に記載のように、エピタキシャル成長時の圧力を減圧することにより、マイクロパイプを通して基板裏面の近傍の圧力も低くなり、炭化珪素の昇華を促進させる。これにより、容易にマイクロパイプをふさぐことができる。

## 【0029】

また、請求項15に記載のように、炭化珪素基板において、マイクロパイプの開口部を広くさせることにより、広がった開口部に多くのステップを形成し、そのステップを核に炭化珪素膜の横方向成長が進むため、容易にマイクロパイプをふさぐことができる。

## 【0030】

尚、請求項16に記載のように、水素中でSiC基板を1650℃以上に加熱することにより、炭化珪素基板の表面がエッチングされ、特に欠陥近傍のエッチングが促進されるため、マイクロパイプの開口部を広げられる。引き続き、炭素を含むガスと珪素を含むガスを供給することにより、炭化珪素膜をエピタキシャル成長させることができる。

## 【0031】

また、請求項17に記載のように、塩素を含むガスを炭化珪素基板の表面にあてることで、炭化珪素基板の表面がエッチングされ、特に欠陥近傍のエッチングが促進されるため、マイクロパイプの開口部を広げられる。引き続き、炭素を含むガスと珪素を含むガスを供給することにより、炭化珪素膜をエピタキシャル成長させることができる。

## 【0032】

また、請求項18に記載のように、炭化珪素基板をKOHエッチングすることで、欠陥近傍のエッチングが促進されるため、マイクロパイプの開口部を広げられる。

## 【 0 0 3 3 】

尚、請求項 1 9 に記載のように、マイクロパイプの開口部を広げた径を広げる前の径に対して、2 倍以上にすることにより、開口部にガスが十分供給することができ、開口部での成長を促進することができる。広がった開口部に多くのステップを形成し、そのステップを核に炭化珪素膜の横方向成長が進むため、容易にマイクロパイプをふさぐことができる。

## 【 0 0 3 4 】

また、請求項 2 0 に記載のように、開口部が表面に向かって広がっているマイクロパイプを有する炭化珪素基板の上に炭化珪素エピタキシャル膜を形成することにより、マイクロパイプ上では炭化珪素エピタキシャル膜が開口していない基板が得られ、マイクロパイプの少ない高品位な炭化珪素単結晶基板を作製できる。そして、この炭化珪素単結晶基板ではマイクロパイプが炭化珪素基板にて終端しており、デバイス制作においては、マイクロパイプの位置を考慮することなくエピタキシャル膜の膜厚を考慮すればよい。ため、デバイス制作において有利と言える。尚、請求項 2 1 に記載のように、マイクロパイプの広がった開口部表面での径がマイクロパイプ開口部底部での径の 2 倍以上の大きさとすることが望ましい。

## 【 0 0 3 5 】

また、請求項 2 2 に記載のように、マイクロパイプの終点が炭化珪素基板とエピタキシャル膜との間に位置する導電性領域中であると、その基板にデバイスを作製した場合、空乏層が広がるような電圧が印加される際、エピタキシャル膜から広がってくる空乏層が導電性領域によりその拡がりが抑えられ、空乏層がマイクロパイプまでに到達することを防止できる。よって、空乏層がマイクロパイプに到達することで生じるマイクロパイプでの電界集中を抑制し、マイクロパイプに起因するブレイクダウンすることを防ぐことができる。

## 【 0 0 3 6 】

尚、導電性領域とは、所定のエピタキシャル膜に対して不純物濃度が高い領域のことを言う。

## 【 0 0 3 7 】

尚、請求項 2 3 に記載のように、導電性領域が導電性基板であってもよく、請求項 2 4 に記載のように、導電性領域がエピタキシャル膜中に存在していても良い。

【 0 0 3 8 】

あるいは請求項 2 5 に記載のように、導電性領域が低抵抗エピタキシャル膜であって、その上に形成される高抵抗エピタキシャル膜から拡がってくる空乏層を低抵抗エピタキシャル膜にてその拡がりを抑えることができ、この場合にも空乏層がマイクロパイプに到達することを防止し、マイクロパイプに起因したブレイクダウンを防ぐことができる。

【 0 0 3 9 】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を適用した実施形態を図面を用いて具体的に説明する。本実施形態は、例えば昇華法などにより形成された炭化珪素単結晶基板（SiC 単結晶基板）に、電界効果トランジスタ（MOSFET など）や接合型電界効果トランジスタ（JFET）、あるいはショットキーバリアダイオードなどのデバイスを形成するためのエピタキシャル成長基板を製造する方法に適用したものである。

【 0 0 4 0 】

（第 1 実施形態）

図 1 に、SiC 単結晶基板 1 0 上にエピタキシャル膜を成長させる CVD（Chemical Vapor Deposition）装置の概略図を示す。SiC 単結晶基板 1 0 は、カーボンで作製された円筒形のサセプタ 3 0 の中に設置されている。このサセプタ 3 0 は、加熱されたサセプタからの熱を外部に出さないようにするため、その周りを断熱材 3 1 で囲まれている。そして、これら全体を石英でできた反応管 3 2 で囲んでいる。その外周には、コイル 3 3 があり、高周波誘導加熱により、サセプタ 3 0 が加熱される。

【 0 0 4 1 】

ガスは水素、SiH<sub>4</sub>、C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>のそれぞれの配管を通して供給され、ガス導入管 3 4 の直前でガスが混合された後、ガス導入管 3 4 から反応管 3 2 内に導入される。排気は、ガス排気管 3 5 を通して、図示しないロータリーポンプによって

排気される。

【0042】

以下、図2、3を用いて、本装置を使用してエピタキシャル成長を行った例について説明する。

【0043】

まず、SiC単結晶基板として、(0001)面から $3.5^\circ$ 傾いた面を持ち、厚さ $700\mu\text{m}$ の6H-SiC単結晶基板10を用意する(図2(a))。このとき、マイクロパイプ欠陥11は、 $\langle 0001 \rangle$ 軸方向に伸びているため、SiC基板10の表面に対して傾くことになる。この基板10をサセプタ30に設置し、CVD装置の反応管32内に入れる。

【0044】

そして、たとえば200 Torrの減圧下でキャリアガス13aとして水素を流しながら、 $1800^\circ\text{C}$ まで基板10を加熱する(図2(b))。この時、基板10の裏面はサセプタに接しているが、基板10の表面は水素にさらされている。しかも、200 Torrの減圧下で、水素の流速は $1\text{m/s}$ 以上と速い。このため、基板10の表面から熱が奪われやすく、表面温度が低くなっている。

【0045】

尚、基板温度は、パイロメータを用い、サセプタ30の温度を測定し、サセプタ30の温度をSiC基板10の温度と見なす。

【0046】

基板10の温度が $1800^\circ\text{C}$ に達した後、水素ガスに対して原料ガスである $\text{SiH}_4$ ガスと $\text{C}_3\text{H}_8$ ガスを加えた混合ガス13bを流すことにより、基板10の表面にSiCのエピタキシャル膜を成長させる。尚、水素の流量は、 $10\text{リットル}/\text{min}$ である。

【0047】

$1800^\circ\text{C}$ 程の高温では、SiC基板10からSiCの昇華が発生しており、 $\text{Si}_2\text{C}$ 、 $\text{SiC}_2$ などの昇華ガス10aが発生し、しかも基板裏面より基板表面の温度が低くなっていることから、温度が高い基板裏面近傍12bから昇華したガスが中空であるマイクロパイプ欠陥11を通して、温度の低い基板表面近傍1

2 a に移動する。

【0048】

一方、基板 10 の表面では、水素とともに原料ガスが流れており、原料ガスの熱分解により、基板 10 の表面には Si 原子と C 原子が多く存在するので、基板 10 の裏面近傍にて発生した昇華ガス 10 a は表面から SiC 基板 10 の外側へ拡散しにくくなり、基板 10 の表面近傍のマクロパイプ欠陥 11 の内壁に再結晶化する（図 2（c））。

【0049】

また、エピタキシャル膜 14 は、SiC 基板 10 の厚さ方向に対してほぼ垂直（ $\langle 0001 \rangle$  軸に対して垂直）な a 軸方向にも成長するので、マイクロパイプ欠陥 11 において、再結晶化した領域上にも成長することになる。

【0050】

そして、時間とともに、マイクロパイプ欠陥 11 の内壁に再結晶化する結晶が多くなり、遂にはマイクロパイプ欠陥 11 が閉塞してしまうとともに、エピタキシャル膜 14 がその上に成長してしまうため、エピタキシャル膜 14 にはマイクロパイプ欠陥 11 が形成されなくなる（図 3（a）（b））。

【0051】

このように、本実施形態では、SiC 基板 10 の裏面側に対し、表面側を、エピタキシャル成長させる反応ガスを所定の流速にて流すことにより冷却し、基板 10 の裏面近傍で生じる昇華ガスが、マイクロパイプ欠陥 11 の表面側にて再結晶化するという現象を利用することでマイクロパイプ欠陥 11 を閉塞することができた。

【0052】

SiC 基板 10 も  $700\text{ }\mu\text{m}$  と厚く、基板 10 の表面側と裏面側との温度差が付けやすい。

【0053】

しかも、流速が速いことにより、成長速度が  $50\text{ }\mu\text{m/h}$  と高い。そして、エピタキシャル膜の膜厚が  $10\text{ }\mu\text{m}$  であっても、マイクロパイプ欠陥 11 はエピタキシャル膜に継承されることなく、SiC 基板 10 の表面にて閉塞させることが



できた。

【0054】

なお、ガスの流れ方向と基板の設置向きは、図1に示した例には限らず、基板表面を下に向けても構わず、さらに、ガスを上下方向に流し、基板表面をその流れに対しほぼ平行にさせるようにしても構わない。

【0055】

(第2実施形態)

図4に、第2実施形態に用いるSiC単結晶基板10上にエピタキシャル膜を成長させるCVD装置の概略図を示す。SiC単結晶基板10は、カーボンで作製された円筒形のサセプタ30の中に設置されている。この装置では、SiC基板10の表面は、下方に向くように設置する。SiC基板10はカーボン製の台座36に貼付され固定される。尚、台座36は図示していないが、サセプタ30に固定されている。台座30はSiC基板10の固定だけでなく、基板10の加熱及び均熱化の役目も果たす。

【0056】

サセプタ30の回りには、加熱されたサセプタからの熱を外部に出さないようにするため、断熱材31で囲まれている。そして、これら全体を石英でできた反応管32で囲んでいる。その外には、コイル33があり、高周波誘導加熱により、サセプタ30が加熱される。

【0057】

ガスは水素、 $\text{SiH}_4$ 、 $\text{C}_3\text{H}_8$ のそれぞれの配管を通して供給され、ガス導入管34の直前でガスが混合された後、ガス導入管34から反応管32の下から導入される。排気は、反応管32の上方にあるガス排気管35を通して、図示しないロータリーポンプにより排気される。

【0058】

以下、図5、6を用いて、本装置を使用してエピタキシャル成長を行った例について説明する。成長条件は第1実施形態と同様である。

【0059】

まず、(0001)面から $8^\circ$ 傾いた面を持つ厚さ $300\mu\text{m}$ の4H-SiC

基板を用意する。この基板をサセプタ 30 に設置し、CVD 装置の反応管 32 内に入れる (図 5 (a))。

## 【0060】

そして、たとえば 200 Torr の減圧下でキャリアガスの水素を流しながら、1800℃まで基板 10 を加熱する (図 5 (b))。この時、基板裏面はサセプタに接しているが、基板表面は水素にさらされている。しかも、水素は、200 Torr の減圧下で、流速は 1 m/s 以上と速い。このため、基板表面から熱が奪われやすく、表面温度が低くなっている。

## 【0061】

基板 10 の温度が 1800℃に達した後、原料ガスである  $\text{SiH}_4$  ガスと  $\text{C}_3\text{H}_8$  ガスを流すことにより、基板表面に  $\text{SiC}$  のエピタキシャル膜 14 を成長させる。

## 【0062】

1800℃程の高温では、 $\text{SiC}$  基板から  $\text{SiC}$  の昇華が発生しており、しかも基板 10 の裏面より基板表面の温度が低くなっていることから、温度が高い基板裏面近傍 12b から昇華したガス 10a が中空であるマイクロパイプ欠陥 11 を通して、温度の低い基板表面近傍 12a に移動する。

## 【0063】

一方、基板 10 の表面では、水素と原料ガスが基板に向かって流れてくるため、昇華ガス 10a は表面から外に出られず、表面近傍のマイクロパイプ欠陥 11 の内壁に再結晶化が促進される。そして、時間とともに、マイクロパイプ欠陥 11 の内壁に再結晶化する結晶が多くなり、遂にはマイクロパイプ欠陥 11 が閉塞してしまうとともに、エピタキシャル膜がその上に成長してしまうため、エピタキシャル膜にはマイクロパイプ欠陥 11 が形成されなくなる (図 6 (a)) (b))。

## 【0064】

なお、ガスの流れ方向と基板の設置向きは、図 4 に示した例には限らず、ガスを上方から流し、基板表面を上に向けても構わない。

## 【0065】

## (第3実施形態)

本実施形態では、上述の第2実施形態と同様に、図4に示したCVD装置を使用してエピタキシャル成長を行った他の例について図7, 8を用いて説明する。

## 【0066】

まず、(0001)面から3.5°傾いた面を持つ6H-SiC単結晶基板を用意する。この基板をサセプタ30に設置し、CVD装置の反応管32内に入れる(図7(a))。

## 【0067】

そして、たとえば200 Torrの減圧下でキャリアガスの水素を流しながら、1800℃まで基板10を加熱し、この温度で10分程度保持する。この時、基板表面は1800℃近くの高温で水素に10分程度さらされることにより、欠陥が選択的にエッチングされ、図7(b)に示すように、表面にあるマイクロパイプ欠陥11の開口部12cが広がる。

## 【0068】

その後、原料ガスであるSiH<sub>4</sub>ガスとC<sub>3</sub>H<sub>8</sub>ガスを流すことにより、基板表面にSiCのエピタキシャル膜14を成長させると、広がった開口部では、成長の核となるステップが多く形成されることと、表面の面方位からよりa面に近づくことの相乗効果により、表面の面より成長速度が速い横方向への成長が進行しつつエピタキシャル膜が成長する。その結果、開口部12でのエピタキシャル膜の厚さがより厚くなり、遂にはマイクロパイプ欠陥11が閉塞してしまうとともに、エピタキシャル膜がその上に成長してしまうため、エピタキシャル膜にはマイクロパイプ欠陥11が継承されなくなる(図8(a), (b))。

## 【0069】

また、本実施形態においても、第2実施形態と同様に、SiCの昇華ガスによってマイクロパイプ欠陥11の閉塞が促進する。

## 【0070】

なお、マイクロパイプ欠陥11の表面に開口部を作る方法としては、水素の代わりに塩素を含むガスを成長する前に流しても同様な効果は得られる。塩素の場合には基板温度を高い状態にする必要はない。水素を用いる場合には、1650

℃以上まで昇温させることが望ましい。それは、低い温度では水素ガスによるエッチング効果が現れにくく、マイクロパイプ欠陥11の表面に開口部を設けるために時間がかかるためである。

#### 【0071】

また、500℃前後の溶融KOH中でSiC単結晶基板をエッチングした後、その基板をCVD装置内に入れ、SiCエピタキシャル成長を行っても同様な効果は得られる。

#### 【0072】

##### (他の実施形態)

以上、本発明の実施形態について説明してきたが、他の例として、図9に示すように、デバイスの製作を考慮した場合、マイクロパイプ欠陥の閉塞は必ずしもSiC基板10内部である必要はない。本実施形態では、デバイスの耐圧とマイクロパイプ欠陥との関係からマイクロパイプ欠陥の閉塞位置について説明する。

#### 【0073】

マイクロパイプ欠陥に空乏層が達すると、その時点でブレイクダウンが生じ、デバイスとして所望の耐圧が得られなくなるため、空乏層がマイクロパイプ欠陥に達しないようにすることが望まれる。

#### 【0074】

図9では、SiC基板20として、高濃度（例えば $10^{19} \sim 10^{20} / \text{cm}^3$ ）の不純物が添加された $n^+$ 型の低抵抗基板20に対して、上述の製造方法により、高抵抗な $n^-$ 型エピタキシャル膜14を形成した状態を示す。

#### 【0075】

図9(a)では、低抵抗基板20に対して、不純物濃度の低い $n^-$ 型エピタキシャル層14を形成したものである。この場合、 $n^-$ 型エピタキシャル層14上あるいはその内部に、デバイスとして機能させるべく、p型領域を形成した場合、この基板に形成されたpn接合に対し、逆バイアスが印加された際に、空乏層は $n^-$ 型エピタキシャル層14を突き抜け、SiC基板20まで達する場合が想定される。SiC基板20の不純物濃度が高いため、空乏層はSiC基板20内ではほとんど拡がらない。

## 【0076】

よって、マイクロパイプ欠陥11が、SiC基板20内部にて閉塞していれば、空乏層がマイクロパイプ欠陥11に到達せず、マイクロパイプ欠陥に起因したブレイクダウンを生じさせることを防止する。

## 【0077】

また、図9(b)では、低抵抗基板20上に、同じく低抵抗な $n^+$ 型エピタキシャル膜21を形成し、その上に、高抵抗な $n^-$ 型エピタキシャル層22を形成したものである。この構造を作製する方法の一つとして、 $n^+$ 型エピタキシャル膜21を1750℃以下の温度で形成する方法がある。この場合も、図9(a)に示したものと同様に、低抵抗領域内にてマイクロパイプ欠陥11が閉塞していれば、マイクロパイプ欠陥11が耐圧に影響しないため、好ましい。

## 【0078】

つまり、導電性のある低抵抗領域内にてマイクロパイプ欠陥が閉塞することが望ましい。尚、「導電性のある」というのは導体として機能できる程度に不純物が高濃度に添加された低抵抗領域のことを言う。

## 【0079】

また、図4に示したCVD装置において、SiC基板10を保持する構造の変形例を図10に示す。

## 【0080】

図10(a)に示すように、サセプタ30の側面から基板保持部37が突出し、SiC基板10が保持されている。SiC基板10の裏面にはカーボンからなる均熱部38が載置され、SiC基板10の裏面と均熱部38は密着することになる。SiC基板10は均熱部38により全体にほぼ等しい温度に熱せられる。

## 【0081】

このように、均熱部38を密着させることによって、マイクロパイプ欠陥がSiC基板10を貫通していたとしても、マイクロパイプ欠陥はSiC基板10の裏面側にて閉じられることとなり、エピタキシャル膜形成の際にSiC基板10の裏面近傍から発生する昇華ガスは、SiC基板10の表面側に移動しやすくなり、マイクロパイプ欠陥の閉塞が促進される。

## 【0082】

また、図10(b)に示すように、均熱部38はSiC基板10には接せず、空間が存在し、基板保持部37に接している。基板保持部37はSiC基板10の周囲全体を保持し、均熱部38とSiC基板10とで閉空間を形成している。よって、SiC基板10の裏面側は、この閉空間による圧力が加わり、一方、SiC基板10の表面側は、裏面側よりも低圧となる例えば200 Torr程度の減圧雰囲気となる。

## 【0083】

なお、均熱部38は、基板保持部37に接しなくて、均熱部38とSiC基板10とで数mm以下の狭い空間を形成させてもよい。

## 【0084】

従って、マイクロパイプ欠陥11において、SiC基板10の表面側に印加される低圧により、SiC基板10の裏面近傍から生じた昇華ガスが、SiC基板10の表面側に移動しやすくなり、SiC基板10の表面側での再結晶化を促進する。

## 【0085】

このように、SiC基板10の裏面側と表面側とに温度差を加えることでマイクロパイプ欠陥の閉塞を行う際に、SiC基板10の裏面側と表面側とに圧力差を設け、裏面側に対し表面側に印加される圧力を低圧とすることで、マイクロパイプ欠陥の閉塞を促進させることができる。

## 【0086】

尚、図示しないが、基板保持部37は、SiC基板10と接する領域以外の部分では開口しており、サセプタ30の下側より流入してきたガスはサセプタ上側から排出されるようになっている。

## 【0087】

その他、本発明を実施する上で留意する点について以下説明する。

## 【0088】

まず、SiC基板の温度は、1650℃以上が好ましく、この温度条件でSiC基板からの昇華が発生しやすくなる。より昇華が促進するためには1750℃

以上、好ましくは1800℃以上の温度が望まれる。

【0089】

また、SiC基板の温度が1900℃を超えると、再結晶化よりも昇華が促進されることになり、マイクロパイプ欠陥を塞ぐことができなくなる可能性があるため、1900℃以下の温度とすることが望ましい。

【0090】

ただし、成長レート、成長雰囲気などの条件によっては、1900℃以上、例えば昇華法における種結晶基板の温度である2250℃近傍まで熱することも可能であるとする。

【0091】

また、SiC基板の表面を冷却する点から、キャリアガスあるいはエピタキシャル成長させるためのガスの流速は1 m/s以上であることが望ましい。

【0092】

また、SiC基板の裏面と表面との温度差は5℃以上あることが望ましい。こうすることで、マイクロパイプ欠陥を介してSiC基板の表面側に、SiC基板の裏面近傍より昇華したガスが移動し再結晶化しやすくなる。

【0093】

また、SiC基板の厚さを300 μm以上とすることにより、SiC基板の裏面側と表面側との温度差を生じさせやすくなる。

【0094】

また、SiC基板表面に形成するエピタキシャル膜の成長速度を20 μm/h以上、好ましくは30 μm/h以上とすることにより、基板の厚さ方向に対してほぼ垂直な横方向への成長（a面成長）も増大することとなり、エピタキシャル膜にマイクロパイプ欠陥が継承することを防止できる。

【0095】

尚、本発明はデバイス用の基板を用意するためのものだけにとどまらず、エピタキシャル成長の成長スピードが速いメリットを生かし、バルク成長として用いても良い。この場合、マイクロパイプ欠陥のないSiC単結晶を得ることができる。

【0096】

また、原料ガスとして、 $\text{SiH}_4$ ガスと $\text{C}_3\text{H}_8$ ガスを用いた例を示したが、それ以外に $\text{Si}_2\text{H}_6$ ガスや $\text{C}_2\text{H}_4$ ガス等の水素化物や塩素化物、 $\text{SiC}$ の昇華ガス、 $\text{Si}$ 蒸気を用いてもよい。さらに、成長方法もCVDに限らず、分子線エピタキシャル成長法や昇華法などの気相成長法を用いてもよい。

【図面の簡単な説明】

【図1】

第1実施形態における $\text{SiC}$ エピタキシャル膜を成長させるCVD装置の概略図である。

【図2】

第1実施形態におけるエピタキシャル成長工程を示す図である。

【図3】

第1実施形態におけるエピタキシャル成長工程を示す図である。

【図4】

第2実施形態における $\text{SiC}$ エピタキシャル膜を成長させるCVD装置の概略図である。

【図5】

第2実施形態におけるエピタキシャル成長工程を示す図である。

【図6】

第2実施形態におけるエピタキシャル成長工程を示す図である。

【図7】

第3実施形態におけるエピタキシャル成長工程を示す図である。

【図8】

第3実施形態エピタキシャル成長工程を示す図である。

【図9】

(a) は、 $\text{SiC}$ エピタキシャル成長基板の断面図である。

(b) は、他の実施形態の $\text{SiC}$ エピタキシャル成長基板の断面図である。

【図10】

(a) は、第2実施形態のCVD装置の一部の変形例を示す図である。



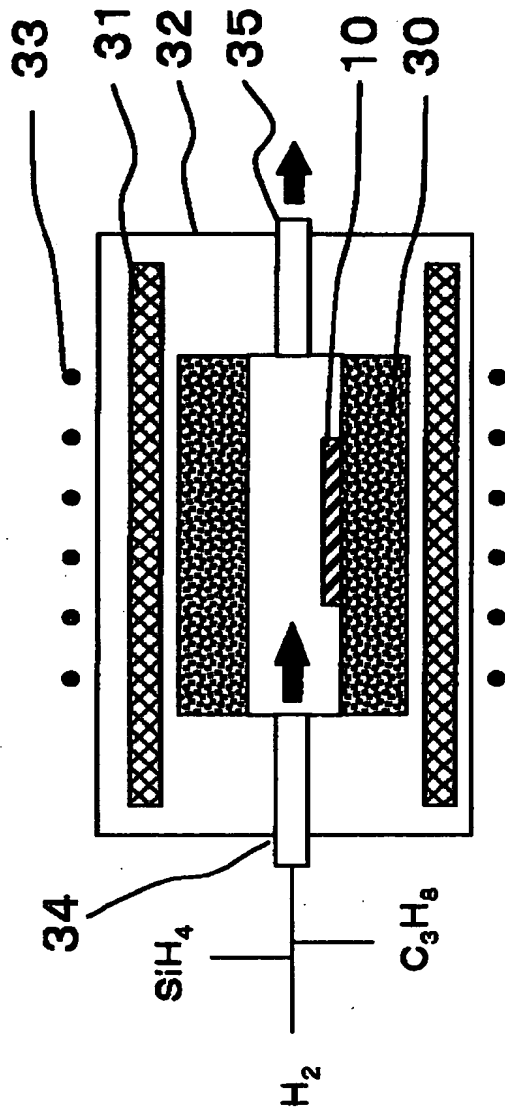
(b) は、第 2 実施形態の C V D 装置の一部の変形例を示す図である。

【符号の簡単な説明】

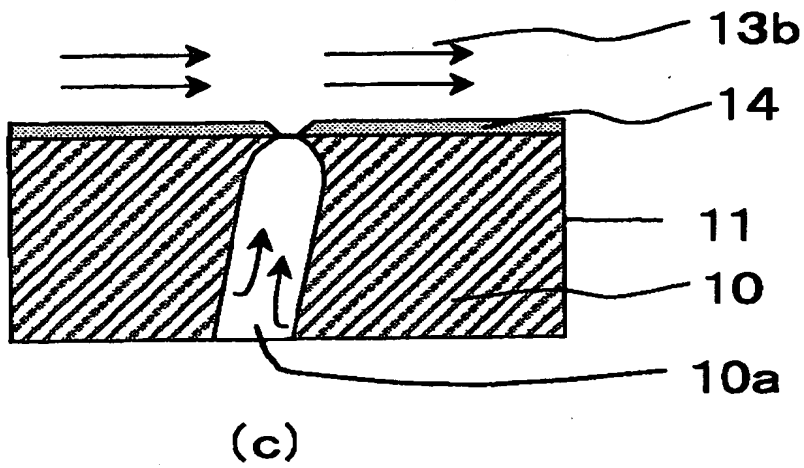
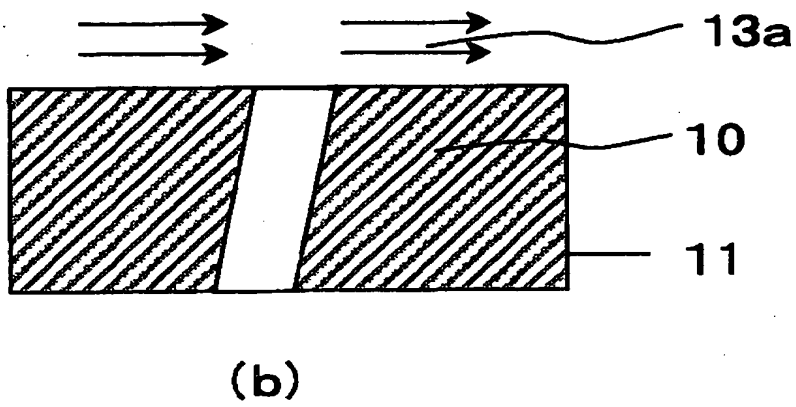
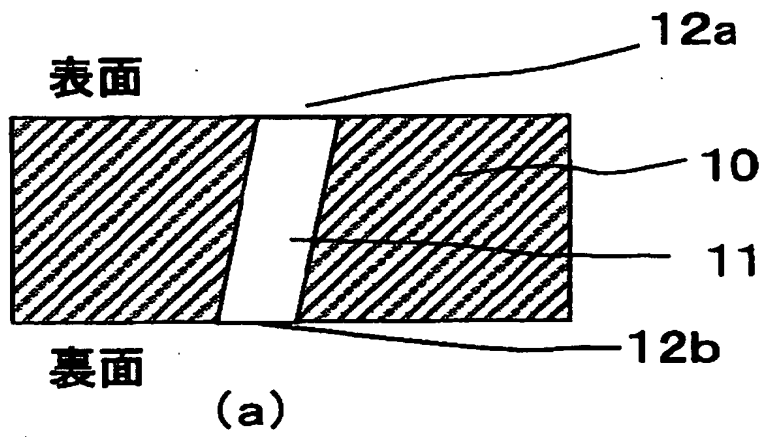
- 1 0   S i C 基板、
- 1 0 a   昇華ガス、
- 1 1   マイクロパイプ欠陥、
- 1 4   エピタキシャル膜、
- 3 0   サセプタ、
- 3 1   断熱材、
- 3 3   コイル、
- 3 4   ガス導入管、
- 3 5   ガス排気管

【書類名】 図面

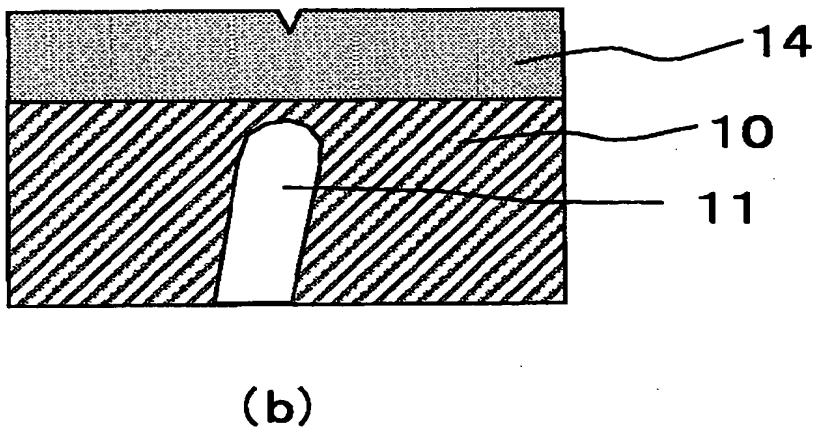
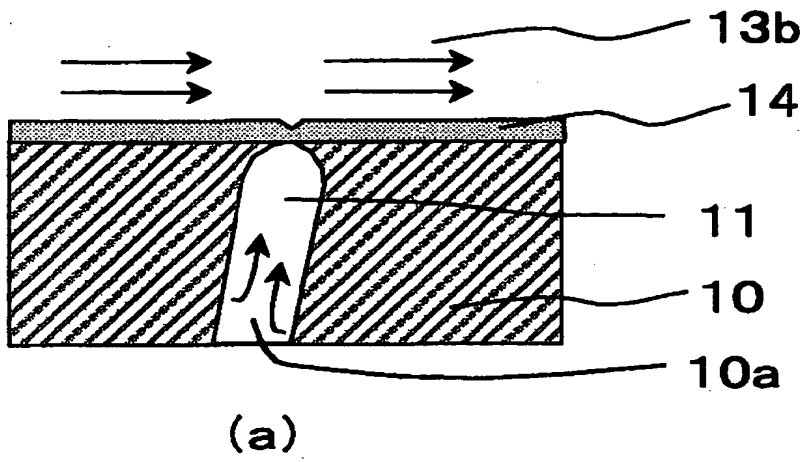
【図 1】



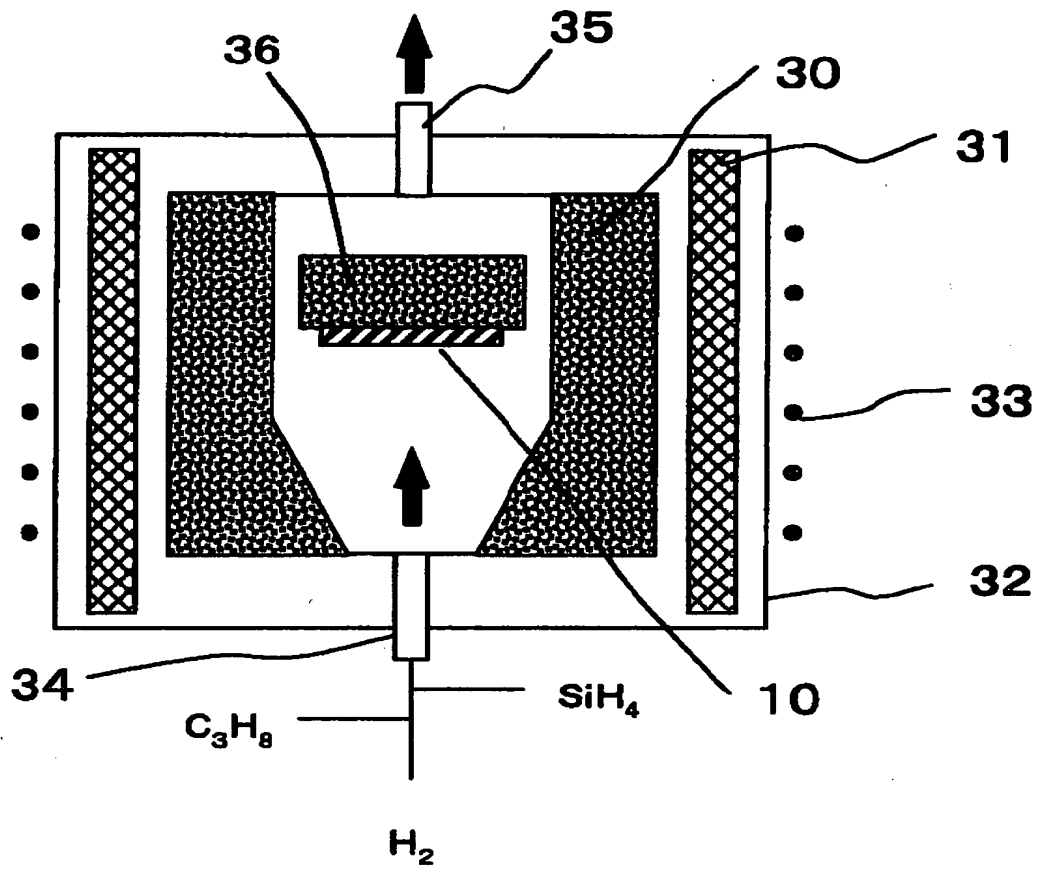
【図2】



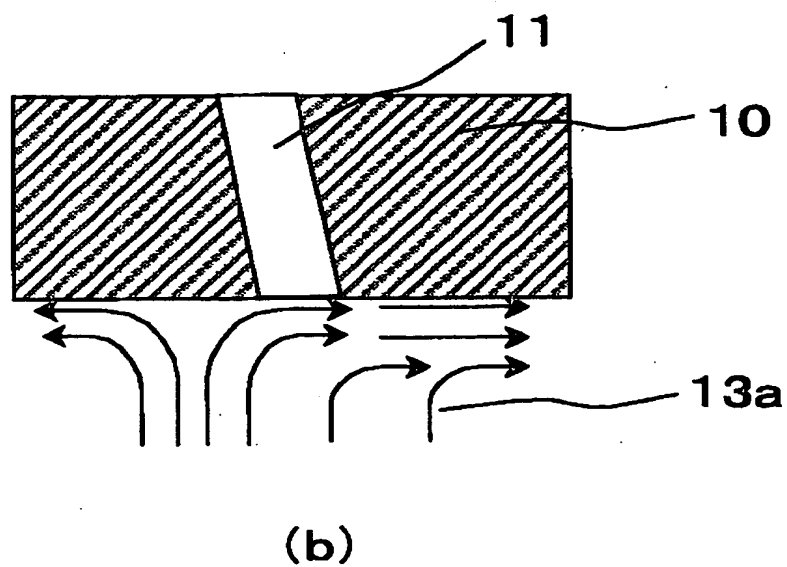
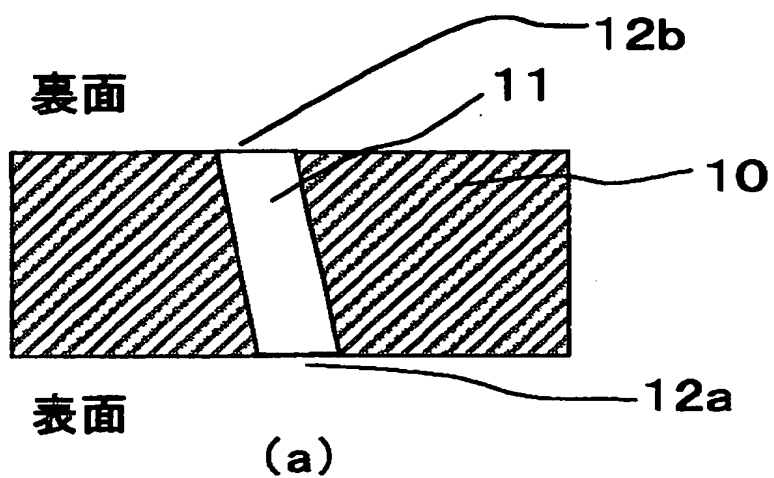
【図 3】



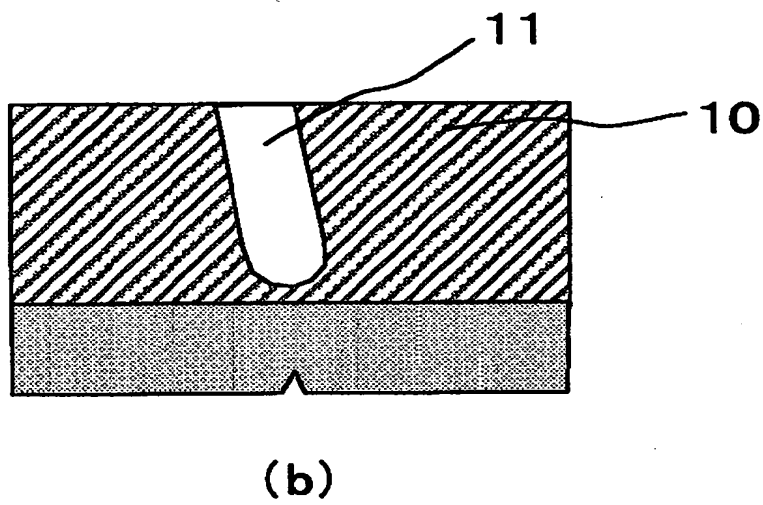
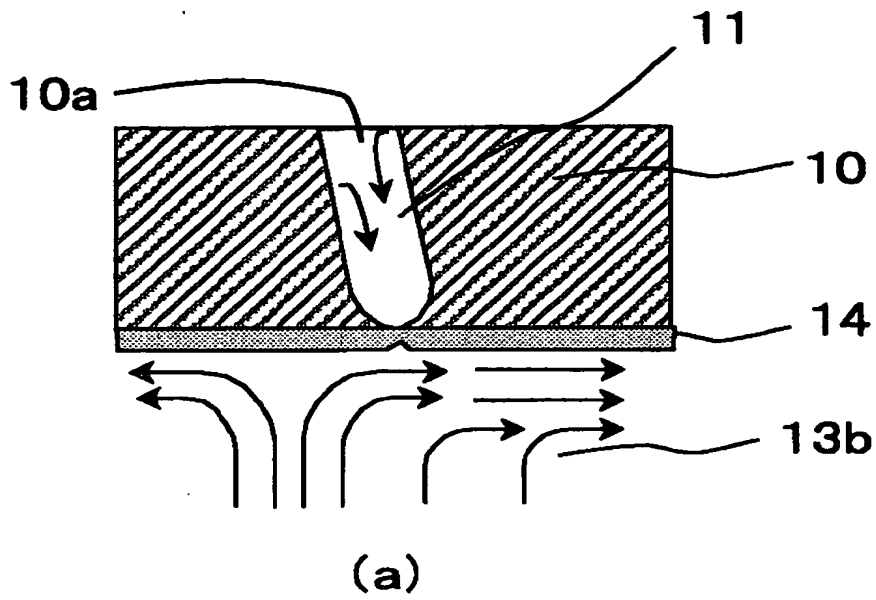
【図4】



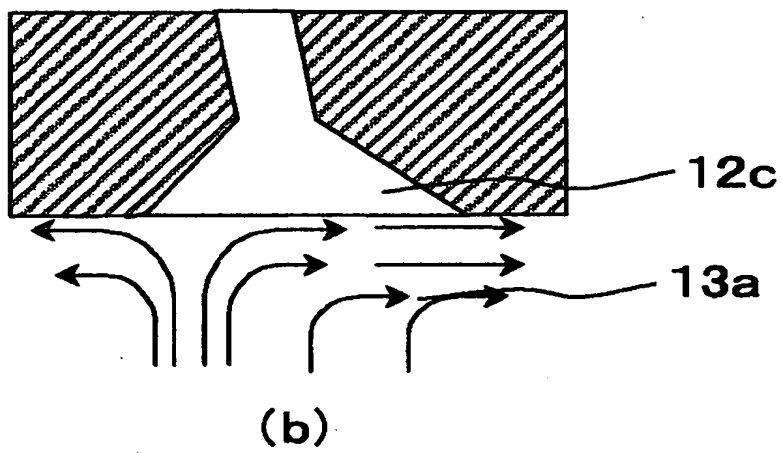
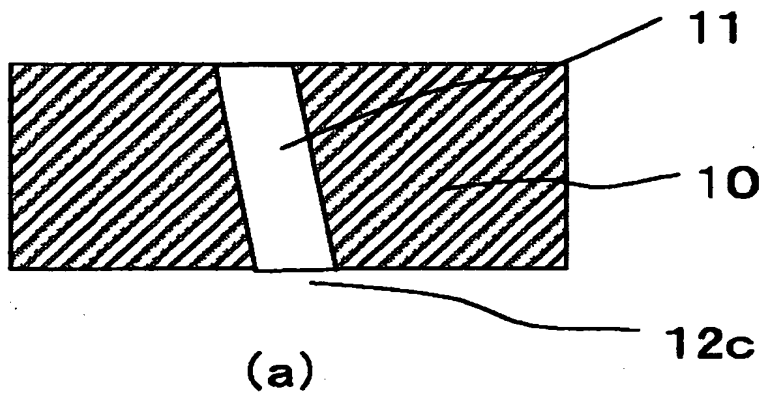
【図 5】



【図6】

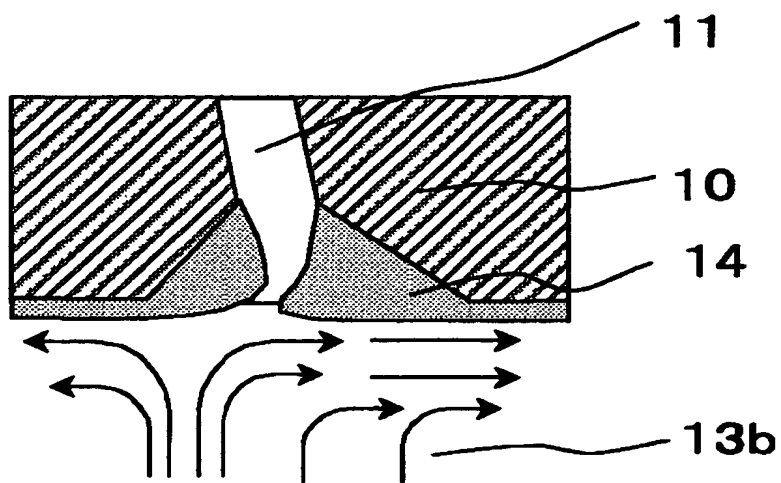


【図 7】

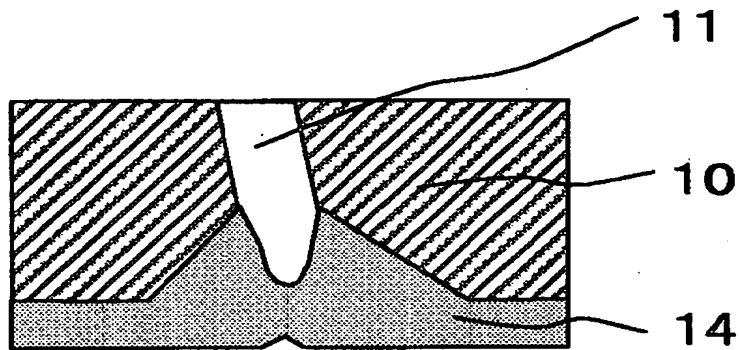




【図 8】

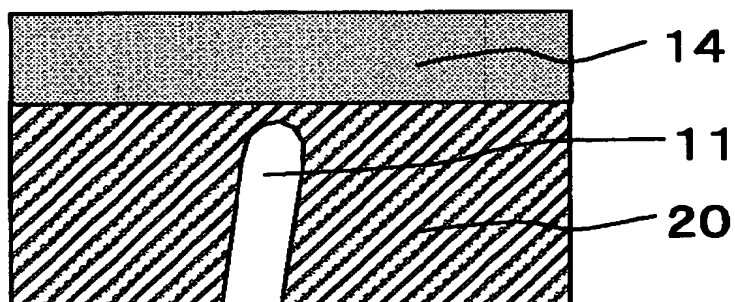


(a)

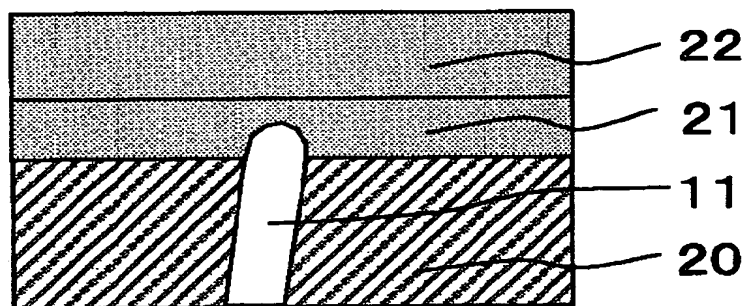


(b)

【図 9】

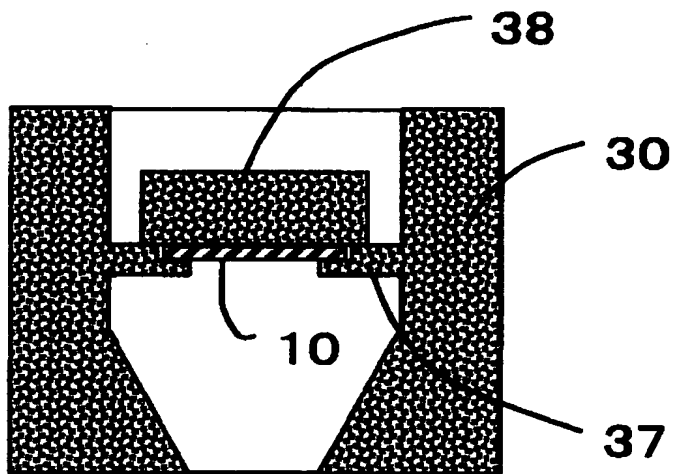


(a)

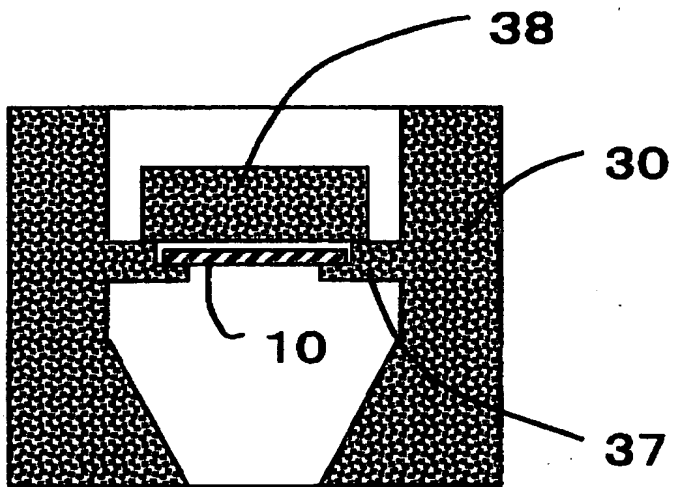


(b)

【図 1 0】



(a)



(b)

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 マイクロパイプを有する炭化珪素基板において、より実用的なマイクロパイプの閉塞技術を提供すること。

【解決手段】 SiC基板温度が1800℃程の高温では、SiC基板10からSiCの昇華が発生する。そして、SiC基板裏面より基板表面の温度が低くなっていることから、温度が高い基板裏面近傍12bから昇華したガスが中空であるマイクロパイプ欠陥11を通して、温度の低い基板表面近傍12aに移動する。そして、基板表面側はCVD法によりエピタキシャル成長が進行しており、基板裏面近傍12bから昇華したSiCの昇華ガスは、基板表面近傍12aにて再結晶化し、マイクロパイプ欠陥11が閉塞する。

【選択図】 図2

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000004260]

1. 変更年月日 1996年10月 8日  
[変更理由] 名称変更  
住 所 愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地  
氏 名 株式会社デンソー